共焦点走査型レーザー顕微鏡を用いたアルミナセラミックスの破面解析

佐藤和好・佐藤匠海・武蔵徳明・田中 諭・内田 希・植松敬三

長岡技術科学大学化学系, 940-2188 長岡市上富岡町 1603-1

Fractography for Alumina Ceramics Using a Confocal Scanning Laser Microscope

Kazuyoshi SATO, Takumi SATO, Noriaki MUSASHI, Satoshi TANAKA,
Nozomu UCHIDA and Keizo UEMATSU

Department of Chemistry, Nagaoka University of Technology, 1603-1, Kamitomioka-machi, Nagaoka-shi, Niigata 940-2188

A confocal scanning laser microscope (CSLM) was applied to identify the location of fracture origin in alumina ceramics. Alumina-referceram was ground to obtain JIS R-1601 specimens using a grinding machine. They were fractured in four point bending to measure strength. CSLM and scanning electron microscope (SEM) micrographs of fracture surface were compared. With a CSLM, the location of fracture origin could be easily determined, while it was very difficult with a SEM. Fracture toughness $K_{IC} = 2.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ calculated from the measured size of fracture origin and the flexural strength.

[Received July 30, 2001; Accepted September 26, 2001]

Key-words: Alumina, Confocal scanning laser microscope, Fluorescence dye, Fracture origin, Fracture toughness

1. 緒 言

セラミックスは脆性材料であり、他の材料では無視することが出来る微細な欠陥（内部気孔、加工傷等）が破壊源として作用し、強度を支配する^{1),2)}。強度のばらつきが大きいのは欠陥サイズのばらつきが大きいと認められる³⁾。したがってセラミックスの製造プロセス改善により強度及び信頼性の向上を進める上において、セラミックスの破壊源を特定することが非常に重要である。当然ながら、破壊源位置を特定できないと、製造プロセス改善のための手がかりを得られないからである。

破面解析は破壊源観察のための最も一般的な技術であり⁴⁾、従来は、走査型電子顕微鏡（SEM）が破壊源の検出方法に広く用いられている^{5)~9)}。しかし、構造用セラミックスとして代表的なアルミナセラミックスでは、その破面に破壊の進展を示す特徴的なパターンはほとんど認められず、破壊起点の特定は極めて困難であった。したがって、SEMに代わる、新規の破面解析方法を開発することが望まれる。

最近、著者らは共焦点走査型レーザー顕微鏡（CSLM; confocal scanning laser microscope）ではその破壊進展が容易に追跡できることを見いだした。本研究では、SEMに代わる新規の観察法として共焦点走査型レーザー顕微鏡をとりあげ、アルミナにおける破壊の開始挙動の観察方法を示す。

2. 実 験

試料にはアルミナリファセラム（JFCC製、サイズ100×100×10 mm）を用いた。これを、ダイヤモンドカッターを用いて切り出した後、#400のダイヤモンドホイールを用いて表1の条件にしたがい3×4×40 mmのJIS試験片サイズに加工した。続いて、オートグラフ（島津製作所製、DSS-500）を用いた4点曲げ試験で強度を測定後、破面をCSLM及びSEMを用いて観察し破壊源位置の特定を試みた。

本研究で用いたCSLMの原理図を図1に示す。光源にはアルゴンレーザーを用いる。試料で反射したレーザー光はピンホールを通過し検出器で結像される。このとき、合焦位置以外の情報はピンホールにより除去されるため、焦点深度が非常に浅く、表面の凹凸構造におけるある特定深さ位置での情報だけを選択的に求められる。また非常にシャープな像が得られる。

Table 1. Machining Condition for Specimens

Grit size	#400
Wheel velocity	1200m/min
Work feed velocity	5m/min
Down feed depth	5μm/pass

Fig. 1. Schematic diagram of confocal scanning laser microscope.

3. 結果と考察

図2にCSLMによる破断面の観察写真を示す。この写真から、破断面には破壊の進展を示すハックルが明確に観察され、破壊源の位置を特定することが可能であった。また、このような特徴的なパターンは検討したほぼすべての試料で観察された。

図3にSEMによる破断面の観察写真を示す。SEMでは従来の経験どおり破壊の進展を示す特徴的なパターンはほとんど観察されず、破壊源位置の絞込みは困難であり、また他のほとんどの試料でも破壊の進展を示す特徴的なパターンは観察されなかった。

図4に示したように、CSLMで特定した位置に破壊源となった表面傷が観察された。そのサイズは約30 μmであり、観

Fig. 2. CSLM micrograph of fracture surface.

Fig. 3. SEM micrograph of fracture surface.

Fig. 4. SEM micrograph of fracture origin.

察試料の破壊強度は355 MPaであった。破壊源の形状を半円形状と仮定して次式を用いて計算したところ、破壊靱性値 K_{IC} は $2.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となり、SEPB法で測定したアルミナリファセラムの破壊靱性 $K_{IC} = 4.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ より小さな値となった。

$$\sigma = K_{IC} / 0.679 (\pi c)^{1/2}$$

一般に破壊靱性値は大きな亀裂を用いて測定した場合、 R 曲線挙動により高い値が得られることが知られている^{10), 11)}。アルミナにおける小さな欠陥の破壊靱性については Rödel ら¹²⁾

が、今回の結果と同様の値を求めている。これは、今回の評価で求めた傷の寸法と形状が妥当であることを示すものである。

CSLM の合焦深度は共焦点絞りを小さくすると一般に浅くなる。今回の検討では絞りを種々変えたが、いずれの場合でも、破壊の進展を示すパターンが明確に観察され、破壊源の位置を特定することが可能であった。したがって破面観察において特に留意する点はない。

破面の CSLM 観察において、なぜこの方法で破壊の進展を示す特徴的なパターンが容易に観察されるか、その理由はまだ不明である。恐らく、SEM は合焦深度が深いため、全体像観察には適しているが、逆に観察像には余分な情報が含まれ破断面の微小な凹凸を検出する事が困難であり、したがって破壊進展のパターンを観察することが困難であったと考えられる。これに対し、CSLM では、共焦点絞りを大きくした場合でも、合焦深度が極めて浅く、ハックルによるわずかな凹凸だけが明瞭に観察され、容易に破壊源の位置を絞り込むことが可能になったと考えられる。これはまた、アルミナセラミックスでは破壊開始位置付近では亀裂が同一平面に沿って生じ、破面の凹凸が極めて少ないことも示唆する。

本観察法は、他のセラミックス材料の破面観察にも応用可能であると考えられ、破面解析を専門としない技術者が容易に破面解析を行うことができる方法であるといえる。

4. 総 括

CSLM による破面観察から、SEM では観察することが困難なアルミナセラミックスの破壊の進展をしめす特徴的なパターンを観察することが可能になり、これにより、破壊源の位置を絞り込むことが可能になった。CSLM 観察で絞り込んだ位置に破壊源が存在することがSEMで確認された。観察された破壊源と曲げ強度から計算された破壊靱性値 K_{IC} は $2.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となり Rödel らによって報告された値と良く一致した。また、本方法は他のセラミックス材料にも応用可能であると考えられ、破面解析を専門としない研究者・技術者にも容易にセラミックスの破壊源の絞り込みを可能とするものである。

謝 辞 本研究は文部科学省科学研究費補助金（基盤研究 (A) 11305045, 平成11～14年）のもとに行われたものである。

文 献

- 1) Zhang, Y., Inoue, M., Uchida, N. and Uematsu, K., *J. Mater. Res.*, **14**, 3370-74 (1999).
- 2) Lange, F. F., *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 3-15 (1989).
- 3) Kim, J.-Y., Uchida, N. and Uematsu, K., *J. Ceram. Soc. Japan*, **100**, 311-14 (1992).
- 4) Rice, R. W., "Fracture Mechanics of Ceramics," Vol. 1, Plenum Press, New York (1974) pp. 323-45.
- 5) Krell, A., *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**, 1900-06 (1998).
- 6) Ostrowski, T., Ziegler, A., Bordia, R. K. and Rödel, J., *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**, 1852-60 (1998).
- 7) Swab, J. J. and Quinn, G. D., *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**, 2261-68 (1998).
- 8) Katz, R. N., Toutanji, H., Leatherman, G. L., El-Korchi, T., and Rafaniello, W., *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **14**[7-8], 282-91 (1993).
- 9) Richerson, D. W., "Modern Ceramic Engineering, 2nd ed.," Marcel Dekker (1992) pp. 680-730.
- 10) Steinbrech, R. W., Reichel, A. and Schaarwachter, W., *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 2009-45 (1990).
- 11) Nishida, T. and Kameyama, I., *J. Ceram. Soc. Japan*, **100**, 276-81 (1992) [in Japanese].
- 12) Seidel, J. and Rödel, J., *J. Am. Ceram. Soc.*, **80**, 433-38 (1997).